

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 630 927

(21) N° d'enregistrement national :

88 06192

(51) Int Cl⁴ : B 01 L 3/00; B 65 D 47/00.

(12) **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

A1

(22) Date de dépôt : 3 mai 1988.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPi « Brevets » n° 45 du 10 novembre 1989.

(60) Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés :

(71) Demandeur(s) : RHONE POULENC CHIMIE, Société ano-
nyme. — FR.

(72) Inventeur(s) : Michel Gubelmann ; Bernard Joux ; Yves
Ploquin.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Cabinet Beau de Loménie.

(54) Tête de récipient pour la réaction chimique, le traitement ou l'analyse de produits divers et récipients en faisant
application.

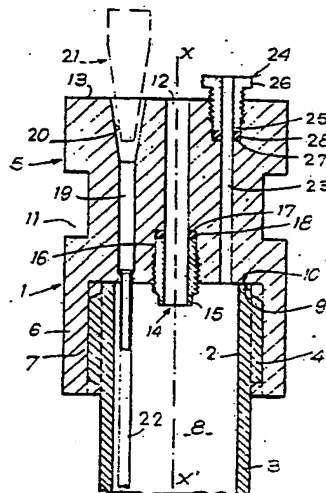
(57) Industrie chimique.

La tête comprend un corps formant une jupe annulaire 6
munie de moyens de montage étanche sur le col 2 d'un
récipient 3, s'étendant à partir de la base 10 d'une partie
d'adaptation 5 qui est traversée par :

. au moins un conduit 19 d'injection-prélèvement prolongé
par un tube plongeur 22;

. au moins un passage 23 traversant équipé sur la face
supérieure de la tête d'un raccord 24 d'adaptation d'un acces-
soire.

Application à un récipient de faible capacité pour l'analyse
chimique.



FR 2 630 927 - A1

Vente des fascicules à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention — 75732 PARIS CEDEX 15

BEST AVAILABLE COPY

**TETE DE RECIPIENT POUR LA REACTION CHIMIQUE, LE TRAITEMENT OU
L'ANALYSE DE PRODUITS DIVERS ET RECIPIENTS EN FAISANT APPLICATION**

La présente invention est relative aux récipients
utilisés principalement dans le domaine de l'industrie chimique et
physico-chimique, pour procéder au traitement, à l'analyse ou à la
réaction d'échantillons de produits élaborés ou en cours
d'élaboration selon un processus industriel.

De tels récipients sont bien connus de la technique
antérieure. Ces récipients sont, généralement, réalisés en verre,
à fond plat ou bombé, et présentent un diamètre et une hauteur
pouvant varier dans des proportions importantes selon la
contenance.

Lors de la mise au point d'une opération de synthèse
multiphasées qui nécessite des matières premières au produit fini
dix, quinze étapes, voire plus, la complexité des molécules
étudiées et leur difficulté de synthèse imposent de travailler sur
de petites quantités de produit dans des récipients de faibles
volumes de l'ordre de 1 à 15 ml.

Maintenant, grâce, en particulier, au développement des
techniques d'analyses, il est possible de travailler sur de très
petites quantités, de l'ordre de quelques milligrammes. Cependant,
le récipient contenant la masse réactionnelle doit permettre de
réaliser toutes les opérations habituellement nécessaires, telles
que prélèvement, ajout de produit, reflux, inertage, agitation,
etc.

De tels récipients doivent, le plus souvent, être
fermés au moins temporairement et présentent, à cet effet, un col
lisse ou conformé pour permettre l'adaptation d'un bouchon.

Les moyens techniques préconisés et connus pour assurer
l'adaptation étanche d'un bouchon sur le col sont habituels de
conception et font, généralement, intervenir une réaction
élastique au moins locale du bouchon pour établir une étanchéité
à une pression relative se développant dans le récipient ou,
encore, à une dépression relative qui y est entretenue. Les
bouchons connus peuvent être fermés ou ouverts et, dans un tel

cas, ils sont, généralement, complétés par un septum.

Les bouchons connus peuvent être considérés comme donnant satisfaction pour ce qui concerne la fonction d'obturation ou de fermeture étanche d'un récipient.

05 Par contre, ces bouchons ne sont pas du tout adaptés aux exigences d'utilisation, voire de manipulations des récipients de faible volume, notamment pour mener à bien les opérations de traitement et d'analyse faisant intervenir un chauffage du produit, un refroidissement de ce dernier, une mesure de la
10 température, avec régulation de cette dernière par un capteur, un prélèvement partiel du produit ou composé ou, encore, une adjonction d'un produit complémentaire ou de réaction.

Pour mener à bien ces différentes interventions, il est généralement nécessaire de recourir au démontage du bouchon, sauf
15 lorsque ce dernier est du type à septum et que les opérations devant être conduites le sont par l'intermédiaire d'un appareil d'injection-prélèvement du type à aiguille.

Dans tous les autres cas, l'obligation de démontage s'impose, avec tous les risques qui s'y attachent, tels que
20 pollution de l'échantillon, pollution de l'environnement, détérioration du bouchon, rupture, bris ou détérioration du récipient avec, pour conséquence, l'écoulement intempestif du produit contenu.

La présente invention vise à remédier aux problèmes
25 ci-dessus en proposant une nouvelle tête de récipient conçue pour permettre une adaptation rapide et pratique sur un récipient, tout en offrant, après adaptation, des possibilités multiples d'intervention et de mesure sur l'échantillon contenu, sans exiger de démontage par rapport au récipient.

30 La tête de récipient est, par ailleurs, conçue selon l'invention, de manière à pouvoir être utilisée en tant qu'organe de fermeture, quel que soit le processus ultérieur d'intervention sur l'échantillon, que ce processus ne fasse intervenir aucune phase intermédiaire ou, au contraire, exige des interventions
35 multiples, telles qu'injection, soutirage, reflux, agitation,

chauffage, qui doivent être menées sur l'échantillon, depuis l'extérieur et sans ouverture de la tête.

05 Pour résoudre le problème ainsi posé, l'invention préconise de réaliser une tête de récipient, de manière qu'elle comprenne un corps formant une jupe annulaire munie de moyens de montage étanche sur le col d'un récipient, s'étendant à partir de la base d'une tête d'adaptation qui est traversée par :

- au moins un conduit d'injection-prélèvement prolongé par un tube plongeur,
- 10 - au moins un passage traversant équipé sur la face supérieure de la tête d'un raccord d'adaptation d'un accessoire.

Diverses autres caractéristiques ressortent de la description faite ci-dessous en référence aux dessins annexés qui 15 montrent, à titre d'exemples non limitatifs, des formes de réalisation de l'objet de l'invention.

La fig. 1 est une coupe-élévation illustrant l'objet de l'invention.

20 La fig. 2 est une coupe-élévation montrant un exemple d'application du bouchon.

La fig. 3 est une vue schématique montrant, en perspective, une variante de réalisation d'un élément de l'objet de l'invention.

25 La fig. 4 est une perspective, en vue éclatée, montrant un développement de réalisation du bouchon.

Les fig. 5 et 6 sont des coupes-élévations partielles montrant deux variantes de réalisation de l'un des éléments constitutifs de l'objet de l'invention.

30 Dans l'exemple de réalisation selon la fig. 1, la tête selon l'invention, désignée dans son ensemble par la référence 1, est destinée à être montée sur le col 2 d'un récipient 3, par exemple en verre. Le récipient 3 ne fait pas partie, directement, de l'invention et peut donc présenter toute conformation appropriée dans le domaine d'application visé qui est celui du traitement, de 35 l'analyse ou de la réaction de produits ou de composés. A cet

égard, le col 2 peut être lisse ou comporter des moyens d'adaptation 4, du type filetage ou bourrelets à emboîtement.

La tête 1 conforme à l'invention est réalisée en toute matière appropriée, rigide ou déformable élastiquement, de préférence par moulage et, par exemple, en polytétrafluoroéthylène. La tête 1 comprend une partie supérieure 5 prolongée, à partir de sa base, par une jupe 6 dont la surface périphérique interne comporte des moyens 7 de coopération avec les moyens 4. Dans le cas présent, les moyens 7 se présentent sous la forme d'un filet destiné à coopérer avec un filetage complémentaire constituant les moyens 4. La tête 1 est prévue pour établir une fermeture étanche, apte à supporter une pression ou une dépression relative entre le milieu environnant et le volume interne de confinement 8 du récipient 3. Cette fermeture étanche est, par exemple, établie en faisant coopérer le bord transversal annulaire 9 plan du col 2 avec le fond 10 du logement que délimite la jupe 6, fond 10 pouvant encore être assimilé à la base de la partie 5. Un joint d'étanchéité peut aussi être disposé, à cette fin, dans une gorge que présente le fond 10 ou être intercalé entre le bord 9 et le fond 10.

Différentes conformations extérieures peuvent être données à la partie supérieure 5, selon qu'il s'agit de réaliser un montage ou un démontage manuel ou automatique. Des moyens de préhension, à cette fin, n'ont pas à être particulièrement décrits dans ce qui suit, étant donné qu'ils font partie de la connaissance habituelle découlant des réalisations connues. De préférence, la partie 5 comporte une gorge annulaire périphérique 11 dont la hauteur et la profondeur sont déterminées en correspondance des caractéristiques dimensionnelles des mains ou pinces de préhension équipant les robots de machines de traitements, d'analyses ou de réaction. La gorge 11 peut être complétée ou remplacée par des méplats.

Selon l'invention, la partie supérieure 5 comporte un trou 12 de type traversant, c'est-à-dire débouchant à la fois sur la base 10 et sur le dessus 13 de la partie 5. Le trou 12 est, de

préférence mais non obligatoirement, ménagé sur l'axe de révolution $x-x'$ de la tête. Le trou 12 présente un diamètre constant sur toute sa longueur qui correspond à la hauteur de la partie 5. Le trou 12 est exécuté par tous moyens convenables, de
05 manière à être équipé, soit en retrait du dessus 13, soit en retrait de la base 10, de préférence, d'un presse-étoupe 14 comprenant un manchon tubulaire 15 susceptible d'être vissé dans un trou fileté 16 dont le fond 17 constitue une butée d'écrasement d'une garniture d'étanchéité annulaire 18.

10 La partie 5 comporte, en outre, un conduit 19, de préférence parallèle à l'axe $x-x'$, d'injection-prélèvement ménagé de façon également traversante pour déboucher sur la base 10 et sur le dessus 13. Le conduit 19 comporte, à partir du dessus 13, une section 20 tronconique dont le sommet se raccorde au conduit
15 19, alors que la grande base est située dans le plan du dessus 13. La section tronconique 20 est destinée à permettre le montage d'un embout 21, de forme complémentaire, qui peut être, soit un obturateur, soit l'appendice tubulaire d'un appareil d'injection-prélèvement. Le conduit 19 est complété par un tube plongeur 22
20 s'étendant au-delà de la base 10 vers l'intérieur du récipient 3. De préférence, le tube plongeur 22 présente une longueur déterminée en correspondance de celle utile du récipient 3 pour que son extrémité s'ouvre à proximité du fond d'un tel récipient.

La partie 5 possède, par ailleurs, au moins un passage
25 23, de préférence parallèle à l'axe $x-x'$, également traversant pour s'ouvrir sur la base 10 et sur le dessus 13. Le passage 23 traversant est équipé, à partir du dessus 13, d'un raccord 24 permettant l'adaptation d'un accessoire devant être mis ou placé en relation avec le milieu interne du récipient 3. Le raccord 24
30 comprend un embout fileté 25 de forme tubulaire, associé à des moyens 26 de préhension manuelle ou mécanisée, aptes à assurer un serrage de l'embout 25 dans un logement complémentaire 27 ménagé, à partir de la surface 13, dans l'axe du passage 23. L'embout 25 est destiné à serrer un joint 28 contre le fond du logement 27.

35 La fig. 2 montre un exemple d'application de la tête

équipée de manière à posséder une canne 30 plongeant à l'intérieur du volume utile 8, en étant disposée dans le trou 12 dans lequel elle est maintenue, avec étanchéité, par l'intermédiaire du presse-étoupe 14. La canne 30 est, de préférence, du type à deux
05 circuits 30a et 30b coaxiaux et communicants, de manière à définir un trajet aller et retour pour un fluide d'échange thermique, par exemple délivré par une installation 31 de circulation.

L'installation 31 peut être de toutes natures appropriées et sa représentation, sous la forme d'un serpentin, n'est donnée qu'à
10 titre illustratif. Le raccordement de la canne 30 avec l'installation 31 est assuré par l'intermédiaire de deux tubulures 32a et 32b qui sont formées par la partie de la canne 30 située à l'extérieur de la tête 1. Les tubulures 32a et 32b peuvent être axialement décalées, comme représenté à la fig. 2 ou, encore,
15 concentriques, comme cela est montré par la fig. 3.

Le passage 23 peut être occupé par une sonde 33 de mesure de température immobilisée, avec étanchéité, après engagement dans le raccord 24 et serrage de l'embout 25. La sonde 33 peut être raccordée électriquement par un circuit 34 à un
20 appareil de mesure et d'analyse comparatives en relation, par exemple, avec une valeur de consigne et apte à asservir, soit la température, soit la vitesse de circulation du fluide caloripporteur circulant à l'intérieur de la canne 30.

Le conduit 19 peut être occupé par l'embout 21
25 constituant, soit un obturateur, soit un appendice d'appareil de prélèvement-injection.

L'installation 31 et le circuit 34 peuvent être flexibles, afin de permettre le déplacement d'un récipient 3 fermé par une tête selon l'invention, d'un poste de travail à un autre,
30 sans nécessiter de déconnexion de l'installation 31 et du circuit 34 de la tête de récipient 1. Ce mode de réalisation est particulièrement intéressant à utiliser avec des moyens de manipulation automatique.

Un produit, tel que P, confiné dans le volume 8 du
35 récipient 3 peut, ainsi, être soumis à un traitement, une analyse

ou une réaction, de façon automatique ou non, en faisant intervenir des phases de prélèvement ou d'injection de composés additionnels, une montée en température et/ou un refroidissement selon une régulation par l'intermédiaire de la canne 30 et de
05 l'appréciation fournie par la sonde 33.

Il pourrait être envisagé de monter, dans le trou 12, un arbre d'entraînement d'un agitateur interne au récipient 3.

Par les moyens selon l'invention, il devient donc possible de fermer un récipient 3, de façon étanche, comme cela
10 est connu dans la technique, tout en offrant une possibilité d'intervention sur le produit P, lorsque cela est souhaité ou inhérent au traitement, à l'analyse ou à la réaction devant être conduit.

La fig. 4 montre qu'il peut, également, être prévu de
15 ménager, dans la partie 5, des passages 23a et 23b, également équipés à partir du dessus 13 de raccords 24a, 24b, permettant d'assurer le branchement de canalisations susceptibles d'assurer l'introduction et/ou la reprise de produits, par exemple gazeux, dont l'apport est nécessaire en cours de processus de traitement,
20 d'analyse ou de réaction ou, encore, se formant par le déroulement d'un tel processus. A titre d'exemple, il peut être envisagé de réaliser, par un gaz inerte, le balayage de la partie du volume 8 non occupée par le produit P.

La fig. 5 montre une variante de réalisation selon
25 laquelle le conduit 19 débouche au centre du fond d'un logement 40 ménagé depuis le dessus 13. Le logement 40 possède un filetage pour le vissage d'un raccord 41 tubulaire définissant, à partir de moyens de préhension 42, la section tronconique 20 réservée au montage de l'embout 21. Le raccord 41 sert, également, à écraser
30 une garniture d'étanchéité 43 contre une collerette 22a du tube plongeur 22, laquelle est pressée contre le fond du logement 40.

La fig. 6 représente une seconde variante consistant à ménager la section 20 comme dit précédemment et à exécuter, à la place du trou 19, un logement fileté 44 à partir de la base 10. Le
35 logement 44 est destiné à recevoir la collerette 22a du tube

plongeur 22, laquelle est serrée contre le fond du logement avec ou sans garniture d'étanchéité, par un raccord tubulaire 45 fileté et enfilé sur le tube plongeur pour être vissé dans le logement 44.

05 Ces deux modes de réalisation permettent l'utilisation de tubes plongeurs en polytétrafluoroéthylène et offrent de meilleures garanties d'étanchéité.

Dans le cas où l'un au moins des raccords 24 ne doit pas être utilisé, il est possible d'en assurer la fermeture étanche en remplaçant l'embout 25 par un tampon analogue vissé. Des moyens
10 analogues peuvent aussi être prévus pour les trous ou conduits 12, 19 et 23.

L'invention n'est pas limitée aux exemples décrits et représentés, car diverses modifications peuvent y être apportées sans sortir de son cadre.

15

20

25

30

35

REVENDEICATIONS :

- 1 - Tête de récipient pour la réaction chimique, le traitement ou l'analyse de produits divers,
caractérisée en ce qu'elle comprend un corps formant
05 une jupe annulaire (6) munie de moyens de montage étanche sur le col (2) d'un récipient (3), s'étendant à partir de la base (10) d'une partie d'adaptation (5) qui est traversée par :
- au moins un conduit (19) d'injection-prélèvement prolongé par un tube plongeur (22),
 - 10 - au moins un passage (23) traversant équipé sur la face supérieure de la tête d'un raccord (24) d'adaptation d'un accessoire.
- 2 - Tête de récipient selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle comporte, en outre, au moins un trou
15 (12) équipé d'un presse-étoupe (14).
- 3 - Tête de récipient selon la revendication 1, caractérisée en ce que le conduit (19) d'injection-prélèvement débouche sur la surface supérieure (13) de la partie (5) par une section tronconique (20) d'insertion d'un embout tubulaire (21) de
20 fermeture ou d'adaptation sur un appareil d'injection-prélèvement.
- 4 - Tête de récipient selon la revendication 2, caractérisée en ce que le presse-étoupe (14) est adapté dans un logement (16) ménagé concentriquement au trou (12) à partir de la base (10) de la tête.
- 25 5 - Tête de récipient selon la revendication 1 ou 4, caractérisée en ce que le trou (12) est ménagé sur l'axe de la tête et est occupé par l'arbre tournant d'un agitateur.
- 6 - Tête de récipient selon la revendication 1 ou 4, caractérisée en ce que le trou (12) est occupé par une canne (30)
30 à deux circuits axiaux concentriques et communicants se prolongeant extérieurement à la tête par deux tubulures (32a, 32b) de raccordement à une installation (31) de circulation d'un fluide d'échange thermique.
- 7 - Tête de récipient selon la revendication 1,
35 caractérisée en ce que la partie (5) présente au moins un passage

(23) traversant s'étendant à partir du fond d'un logement fileté (27) apte à recevoir un raccord tubulaire fileté (25) complémentaire équipé d'un joint (28).

05 8 - Tête de récipient selon la revendication 7, caractérisée en ce que la tête (5) comporte au moins un passage (23) occupé par une sonde de mesure de température (33).

9 - Tête de récipient selon la revendication 1, caractérisée en ce que la tête (5) comporte une gorge périphérique (11) extérieure de préhension.

10 10 - Récipient de traitement, d'analyse ou de réaction de produits divers comportant une tête selon l'une des revendications 1 à 9.

15 11 - Utilisation de la tête de récipient selon l'une des revendications 1 à 8 associée à une installation (31) et à un circuit (34) flexibles.

20

25

30

35

Fig. 1

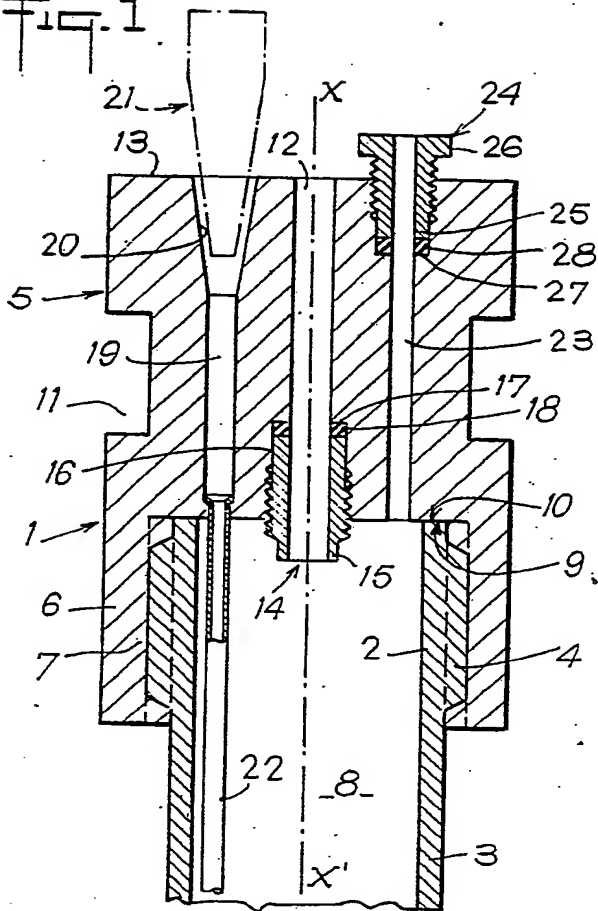


Fig. 2

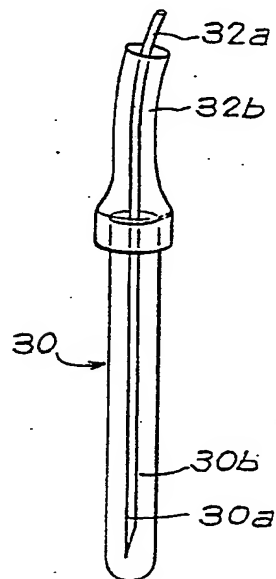
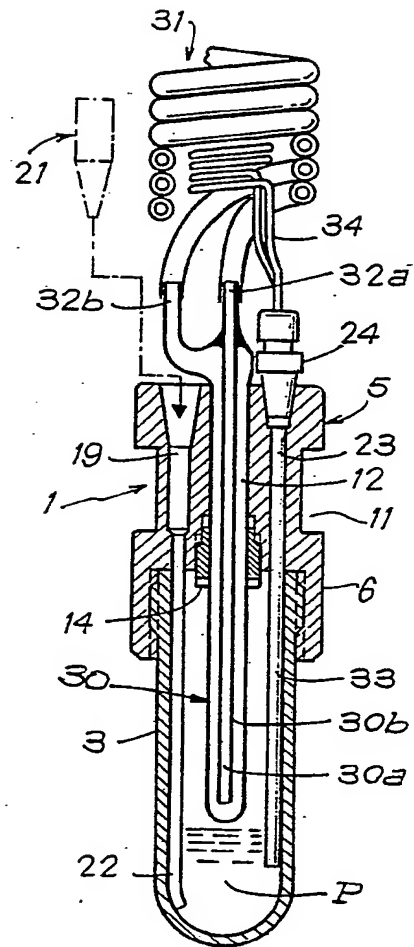


Fig. 3

Fig. 4

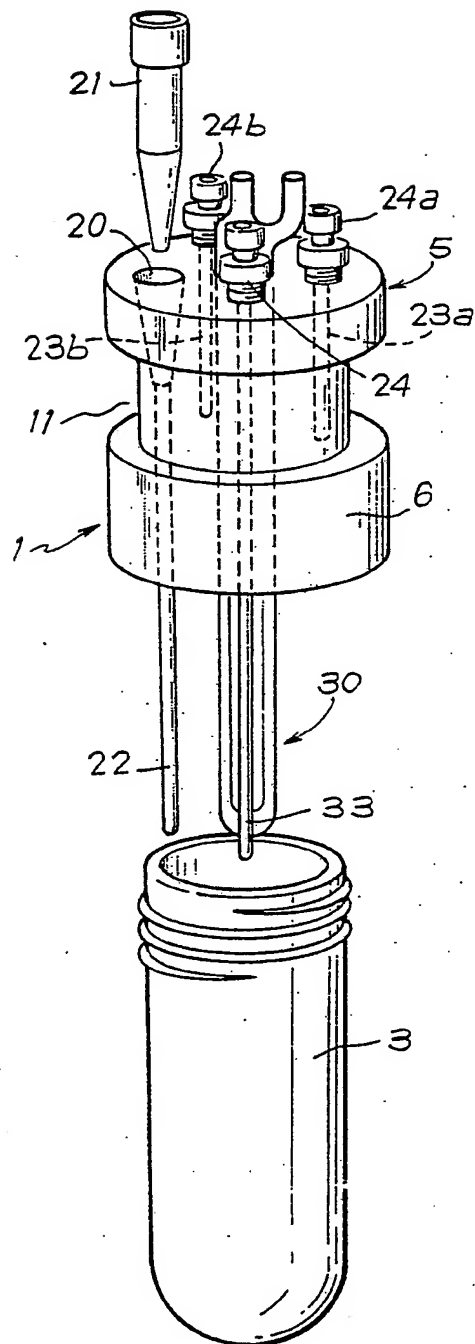


Fig. 5

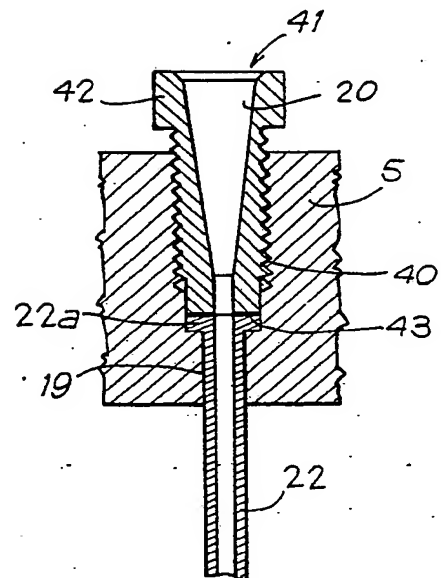
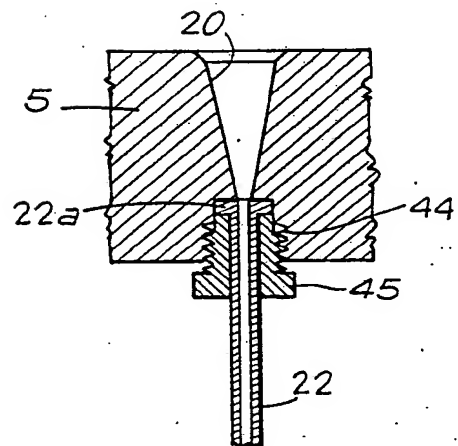


Fig. 6



THIS PAGE BLANK FOR